

STABILIZATION OF TRIMETHOXYSilANE

Publication number: JP55072198
Publication date: 1980-05-30
Inventor: SUZUKI TETSUYOSHI; IMAKI SUNAO; YAMAURA TAKAHISA
Applicant: MITSUBISHI CHEM IND
Classification:
- international: *C07F7/04; C07F7/00; (IPC1-7): C07F7/04*
- european:
Application number: JP19780146344 19781127
Priority number(s): JP19780146344 19781127

Report a data error here

Abstract of JP55072198

PURPOSE:To suppress the formation of the unreacted methanol and to stabilize the title compound, by adding a specific organic phosphorus compound to a reaction mixture comprising trimethoxysilane (T) obtained through the reaction of silicon with methanol. **CONSTITUTION:**Silicon (S) is reacted with methanol (M) at a molar ratio of (S) to (M) of 1:1-50 in the presence of a copper catalyst and 0.001-1wt% of a trivalent organic phosphorus compound of $R_3<1>P$ or the formula $[R<1> \text{ and } R<2> \text{ are alkyl, aryl(oxy), or alkoxy groups; n is an integer 1-4}]$, e.g. trimethylphosphorus or bisdiphenylphosphinomethane, to form trimethoxysilane (T). **EFFECT:**Suppressed formation of tetramethoxysilane and high yield.

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

⑪ 公開特許公報 (A)

昭55—72198

⑫ Int. Cl.³

C 07 F 7/04

識別記号

庁内整理番号

7329—4H

⑬ 公開 昭和55年(1980)5月30日

発明の数 1

審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ トリメトキシシランの安定化方法

厚木市毛利台二丁目24番24号

⑮ 特 願 昭53—146344

⑯ 発 明 者 山浦孝久

⑰ 出 願 昭53(1978)11月27日

横浜市緑区つつじが丘5番地1

⑱ 発 明 者 鈴木哲身

⑲ 出 願 人

三菱化成工業株式会社

伊勢原市高森645番地237

東京都千代田区丸の内2丁目5

番2号

⑳ 発 明 者 今木直

㉑ 代 理 人

弁理士 長谷川一

外1名

明 細 書

3 発明の詳細な説明

1 発明の名称

トリメトキシシランの安定化方法

2 発明の要約

- (1) 銅触媒を用いて遷移金属とメチルアルコールとを反応させて得られるトリメトキシシランを含む反応混合物中に2価の有機リン化合物を存在させることを特徴とするトリメトキシシランの安定化方法。

- (2) 特許請求の範囲を1項記載の方法において2価の有機リン化合物が一般式 R_2P または $R_2P(OEt)_2$ (R および R' はアルキル基、アリール基、アルコキシ基およびアリールオキシ基から選ばれる置換基であり、複数の R および R' はそれぞれ相互に異なっていても良い。 n は1〜4の整数である。) で表わされるものであることを特徴とするトリメトキシシランの安定化方法。

本発明はトリメトキシシランの安定化方法に関する。詳しくは、銅触媒の存在下に遷移金属とメチルアルコールとを反応させて得られるトリメトキシシランを含む反応混合物中のトリメトキシシランを安定化方法に関する。

従来、トリメトキシシランの製法として、銅触媒の存在下、100〜300℃で遷移金属とメチルアルコールとを反応させ、生成するトリメトキシシランを未反応のメチルアルコールと共に蒸気相に留出させ、さらに留出反応混合物からトリメトキシシランを蒸留分離する方法が知られている。

ところが、上記方法において、留出反応混合物を保存し、あるいは留出反応混合物からトリメトキシシランを蒸留分離するに当たり、留出反応混合物中のトリメトキシシランと未反応メタノールとが反応してテトラメトキシシランが生成し、この結果、トリメトキシシランの生成量が減少するという問題がある。

そこで、本発明者らは、上記反応混合物中のトリメトキシシランを安定化する方法について検討したところ、反応混合物中に3価の有機リン化合物を存在させることにより、トリメトキシシランと未反応メタノールとの反応を有効に抑制し、トリメトキシシランを著しく安定化し得ることを見出し、本発明に到達した。

すなわち、本発明の目的は、銅触媒の存在下で亜素とメチルアルコールとを反応させて得られる反応混合物中のトリメトキシシランを安定化することであり、この目的は、上記反応混合物中に3価の有機リン化合物を存在させることによつて達成される。

次に、本発明を詳細に説明する。

本発明方法においては、亜素とメチルアルコールとを銅触媒存在下気相系又は液相系で反応させてトリメトキシシランを製造する。

亜素としては、通常、純度が85〜99.9%の亜素金属を200μ以下、好ましくは100μ以下の平均粒度に粉砕したものが用いられる。

- 3 -

ン類、または、ローデカン、^デデカン、テトラデカン、オクタデカン、流動パラフィン等の脂肪族炭化水素、または、ジブニルメタン、トリブニルメタン、ジトリルメタン、ペンシルトルエン、ジペンシルトルエン、ジペンシルキシレン等のアリールメタン類などが用いられる。

メチルアルコールの使用量は亜素金属1モルに対して0.1〜100倍モル、好ましくは1〜50倍モルの範囲から選ばれる。

反応温度は、100〜300℃の範囲で適宜選ばれる。

反応圧は、減圧、常圧、加圧いずれでもよく、好ましくは、300mmHg〜2000mmHgから選ばれる。

トリメトキシシランは反応終了後または反応中連続的に系外へ留出させる。

得られる留出反応混合物中には、トリメトキシシランのほかモノメトキシシラン、ジメトキシシラン、テトラメトキシシランおよび未反応メチルアルコール等が含まれる。

- 5 -

触媒としては、金属銅または銅化合物などの銅触媒が好適に用いられる。銅化合物としては、ハロゲン化合物、カルボン酸塩、キレート化合物、酸化物などの種々のものを用いることができ、具体的には、例えば、塩化銅1/銅、塩化銅2/銅、シウ化銅1/銅、シウ化銅2/銅、ヨウ化銅1/銅、ヨウ化銅2/銅、酸銅、銅アセチルアセトナート、酢酸銅1/銅、酢酸銅2/銅、酸化銅1/銅などが挙げられる。

銅触媒の使用量は亜素金属1モルに対して0.0001〜0.5倍モルの範囲から選ばれる。

反応を液相系で行なう場合、亜素金属1gに対して、1ml〜100mlの範囲で溶媒が使用される。溶媒としては、例えば、クメン、ローブチルベンゼン、シメン、ヘキサメチルベンゼン、トリエチルベンゼン、オクチルベンゼン、^ドドシルベンゼン、ジドシルベンゼン等のアルキルベンゼン類、ナフタリン、メチルナフタリン、プロピルナフタリン、ジプロピルナフタリン、トリプロピルナフタリン等のアルキルナフタリ

- 4 -

本発明方法では、トリメトキシシランを含む反応混合物中に3価の有機リン化合物を存在させることが必要である。

3価の有機リン化合物としては、とくに一般式R¹またはR²P(OR³)₃PR⁴（ここでR¹およびR²は、アルキル基、アリール基、アルコキシ基およびアリールオキシ基から選ばれる置換基であり、R³およびR⁴はそれぞれ相互に異なつていてもよい。Rは1〜8の整数である。）で表わされるリン化合物が用いられる。

置換基としては、Rはメチル、エチル、プロピル、イソプロピル、ブチル、アミル、ヘキシル等の炭素数1〜10までのアルキル基、フェニル、p-トリル、o-トリル、m-トリル、ナフチル等の炭素数4〜30までのアリール基、メトキシ、エトキシ、プロピルオキシ、イソプロピルオキシ、ブチルオキシ、アミルオキシ、ヘキシルオキシ等の炭素数1〜10までのアルコキシ基およびフェニルオキシ、p-トリルオキシ、o-トリルオキシ、m-トリルオキシ、ナ

- 6 -

実施例 1 の方法で得られた留出反応混合物の 1/10 量を取り、これにトリフェニルホスファイト 0.5 g を添加した。

次いで、浴最高温度 220℃、蒸流比 0.1 で 20 時間これを蒸留した。

この結果得られたトリメトキシシランは 28.5 g であり、残存率は 99.3 重量%であつた。

比較のため、トリフェニルホスファイトの添加⁶省略した以外は、上記方法と同様に留出反応混合物の蒸留を行なつたところ、トリメトキシシランの残存率は 2.0 重量%であつた。

出 願 人 三愛化成工業株式会社

代 理 人 弁護士 長谷川 一



佐 川 名